# (C) WPI/Derwent

```
AN - 1997-038059 [04]
AP - JP19950124358 19950425
CPY - DAIL
DC - A23 A32 A94
FS - CPI
IC - B29C55/14; B29D7/01; B29K77/00; B29L7/00; C08J5/18; C08J11/04;
   C08K3/00; C08L67/04
MC - A05-E02 A08-R01 A09-A07 A09-A09 A11-A03 A11-B01 A11-B02A A12-S06A
PA - (DAIL ) DAICEL CHEM IND LTD
PN - JP8295748 A 19961112 DW199704 C08J5/18 004pp
PR - JP19950124358 19950425
XA - C1997-012006
XIC - B29C-055/14; B29D-007/01; B29K-077/00; B29L-007/00; C08J-005/18;
    C08J-011/04; C08K-003/00; C08L-067/04
 AB - J08295748 A biodegradable, high moisture-permeable film comprises 100
    pts.wt of polycaprolactone-type resin (A) contg. 50-400 pts wt of
    inorganic fillers (B).
   - Also claimed is the prodn. of the biodegradable, high
    moisture-permeable film comprising: (i) kneading 100 pts.wt of (A)
    with 50-400 pts.wt (B); (ii) sheeting the kneaded prod.; and (iii)
    drawing the obtd. sheet.
   - ADVANTAGE - Improved moisture permeability while maintaining
     mechanical strength is obtd.. The polycaprolactone is biodegradable
     and relatively inexpensive.
 IW - BIODEGRADABLE HIGH MOIST PERMEABLE FILM COMPRISE POLYCAPROLACTONE
    - (Dwg.0/0)
 TYPE
     RESIN CONTAIN INORGANIC FILL IMPROVE MOIST PERMEABLE MAINTAIN
     MECHANICAL STRENGTH
  IKW - BIODEGRADABLE HIGH MOIST PERMEABLE FILM COMPRISE POLYCAPROLACTONE
 TYPE
     RESIN CONTAIN INORGANIC FILL IMPROVE MOIST PERMEABLE MAINTAIN
     MECHANICAL STRENGTH
  NC - 001
  OPD - 1995-04-25
  ORD - 1996-11-12
  PAW - (DAIL ) DAICEL CHEM IND LTD
  TI - Biodegradable, high moisture-permeable film - comprises
      polycaprolactone-type resin contg inorganic fillers for improved
      moisture permeability while maintaining mechanical strength
   A01 - [001] 018; R01295 G2131 D01 D23 D22 D31 D42 D50 D77 D86 F43; H0000
       H0011-R; P0055; P1978-R P0839 D01 D50 D63 F41; S9999 S1285-R;
      S9999 S1581;
     - [002] 018; ND10; ND07; K9449; N9999 N6439; N9999 N5914-R;
      N9999 N5925 N5914; B9999 B5152-R B4740; B9999 B5163 B5152 B4740;
      B9999 B5265 B4740; B9999 B3021 B3010; B9999 B4875 B4853 B4740;
      B9999 B4091-R B3838 B3747; B9999 B3714 B3690; B9999 B4535; N9999
      N5878; N9999 N5970-R; N9999 N5812-R; N9999 N6939-R; B9999
      B5243-R B4740;
      -[003] 018; D00; A999 A237;
```

BNSDOCID: <XP\_\_\_\_\_2309305A\_\_I\_>

# THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-295748

(43)公開日 平成8年(1996)11月12日

広島県大竹市玖波4-4-1

(74)代理人 弁理士 三浦 良和

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号 庁内整理番号	The state of the s	技術表示箇所
C 0 8 J 5/18	CFG The Company of th	C08J 5/18 CFG	•
B 2 9 C 55/14	7639-4F	B 2 9 C 55/14	
B 2 9 D 7/01	7726-4F	B 2 9 D 7/01	•
C08J 11/04		C 0 8 J 11/04	
C08K 3/00		C 0 8 K 3/00	
	審査請求	未請求 請求項の数2 FD (全 4 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号	特顯平7-124358	(71)出願人 000002901 ダイセル化学工業株式会社	
(22)出顧日	平成7年(1995)4月25日	クイセル化子工来株式会社 大阪府堺市鉄砲町1番地 (72)発明者 黒田 隆之	

### (54) 【発明の名称】 生分解性高透湿フィルムおよびその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 自然環境中に存在する微生物により分解する、いわゆる生分解性を有する高透湿性のフィルムおよびその製造方法を提供する。

【構成】 ポリカプロラクトン系樹脂100重量部に無機系充填剤50~400重量部を混練し、次いでシート化し、更に延伸する生分解性高透湿フィルムの製造方法および得られる生分解性高透湿フィルム。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリカプロラクトン系樹脂100部に対 し無機系充填削50~400重量部を含有することを特 徴とする生分解性高透湿フィルム。

1

【請求項2】 ポリカプロラクトン系樹脂100重量部 に無機系充填剤50~400重量部を混練し、次いでシ ート化し、更に延伸することを特徴とする生分解性高透 湿フィルムの製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

## [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、自然環境中に存在する 微生物により分解する、いわゆる生分解性を有する高透 湿性のフィルムおよびその製造方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】従来からプラスチック製フィルムや成型 品の素材として、ポリエチレンやポリプロピレン等が一 般的に用いられている。これらが使用済みとなった場合 には焼却や埋立等による廃棄処理が行われている。しか し用済み品の回収率が完全ではないこと、回収品の焼却 処理による大気汚染の発生、燃焼熱による焼却炉の劣化 20 の問題、あるいは埋立処理の場合は難生分解性等の環境 汚染問題がある。

【0003】このようなプラスチックの廃棄物に対し世 界的規制を行う動きが広まり、廃棄プラスチックの化学 的分解による原料回収や、熱可塑性樹脂の再成型等によ る再利用が行われている。しかし、例えば従来より使用 されている使い捨ておむつ等は、その裏面のフィルムに ポリエチレンやポリプロピレン等が一般的に用いられて いるが、これらを再使用する場合には汚物の洗浄が不可 欠であり、洗浄処理に費用が掛かるため経済的でない。 一方これらを埋立廃棄処理とすれば、環境中で分解され ずに残ってしまう。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】このように洗浄処理を 要するため、あるいは廃棄物の回収が現実的ではないた め、樹脂を再使用できないプラスチック製品としては、 上記の使い捨ておむつ等の衛生用品がある。従って、と れらに使用される樹脂が環境中の微生物により分解する 生分解性を有するならば埋め立て処理による廃棄を可能 とすることができる。更にこれらに使用されるフィルム 40 だからである。 が、透湿性に優れていればおむつとしての使用時に、発 汗した場合に水分が散逸し皮膚のかぶれを防止すること

【0005】従来よりポリエチレンやポリプロピレン等 の難生分解性の樹脂に澱粉等を混練して崩壊性としたも のがあるが、これらは環境中で澱粉等が分解した後に難 生分解性の樹脂が残るため実質的に生分解性とはいえ ず、環境汚染は回避されない。一方完全生分解性の素材 の一つとして微生物が合成する脂肪族ポリエステルが存 問題の他、機械的強度特性にも問題がある。このような ことから、水蒸気は透過するが防水性を有し、機械的強 度にも優れかつ生分解性があり、埋立処理などで自然分 解するフィルムの開発が熱望されている。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者は、ポリカプロ ラクトン系樹脂に無機系充填剤を混合してシートを作 り、その後このシートを延伸して薄膜化(フィルム化) することで更に透湿性が高くなり、またポリカプロラク 10 トン系樹脂が生分解性もあることから上記問題点を解決 し得ることを見い出し、本発明を完成するに至った。 【0007】すなわち本発明は、ポリカプロラクトン系 樹脂100部に対し無機系充填剤50~400重量部を 含有することを特徴とする生分解性高透湿フィルムを提 供するものである。さらに、ポリカブロラクトン系樹脂 100重量部に無機系充填剤50~400重量部を混練 し、次いでシート化し、更に延伸することを特徴とする 生分解性高透湿フィルムの製造方法を提供するものであ る。以下、本発明を詳細に説明する。

【0008】本発明により提供される生分解性高透湿フ ィルムは、水蒸気は透過するが水は透過しないいわゆる 透湿防水のフィルムである。さらに、完全生分解性をも 有する。

【0009】本発明による生分解性高透湿フィルムは、 樹脂素材としてポリカプロラクトン系樹脂を用いること を特徴とする。ポリカプロラクトンは、微生物により完 全分解する生分解性の樹脂である。本発明でいう「ポリ カプロラクトン系樹脂」とは、数平均分子量が好ましく は40、000以上の高分子量ポリカプロラクトンの 他、その高分子量ポリカプロラクトンに他の生分解性の ポリエステル等を混練したポリカプロラクトンを主体と する樹脂を含む。更にポリカプロラクトン部分が主体と なる他の生分解性樹脂との共重合体も含まれる。従って 本発明のポリカプロラクトン系樹脂は、生分解性樹脂で ある。共重合体の場合は同じ理由で、共重合体の数平均 分子量が40,000以上であることが好ましい。数平 均分子量を40,000以上としたのは、これ未満のポ リカプロラクトンでは強度等の機械特性が不十分であ り、充填剤を含有する実用的なフィルムを得るのが困難

【0010】本発明による生分解性高透湿フィルムに は、無機系充填剤が配合される。使用できる無機系充填 剤としては、炭酸カルシウムや、塩化カルシウム、硫酸 カルシウム、硫酸バリウム、炭酸バリウム、酸化チタ ン、アルミナ、酸化バリウム、ケイ酸、タルク、カオリ ン、クレー、シラス、ケイソウ土、活性白土、ゼオライ ト、ガラス粉、ガラス繊維等が挙げられ、これらは単独 で使用してもよいし、2種以上を混合して使用してもよ い。これらの無機物の粒径は20μm以下のものが好ま 在するが、高価であること、加工が容易でないこと等の 50 しく、繊維状充填剤においては径が20μm以下のもの

が好ましい。また、これら充填剤の樹脂中での分散を良 くするために、分散剤の使用や無機系充填剤の表面処理 を行ってもよい。

【0.011】充填剤の使用量は、上記したポリカプロラ クトン系樹脂100重量部に対して50~400重量 部、更には100~300重量部の範囲であることが好 ましい。50重量部未満では透湿性の向上が十分でなく 充填剤添加効果が少なく、一方、400重量部を越えて 添加混練した場合は、フィルムの延伸が困難となった り、得られたフィルムの強度等機械特性が好ましくない 10 場合が生ずるからである。

【0012】本発明の生分解性高透湿フィルムの製造方 法は通常の熱可塑性樹脂のフィルム成形法に従えばよ い。すなわち、上記「ポリカプロラクトン系樹脂」に無 機系充填剤を配合し、ヘンシェルミキサーやタンブラー 型の混合器等を用いて混合する。無機系充填剤の他に、 必要に応じて滑剤、安定剤、帯電防止剤、可塑剤、染料 等を使用することもできる。

【0013】次に上記混合物を用いて延伸前シートを作 成するが、その方法としては、一軸または二軸押出機で 20 ンホールは無く、透湿性は5,000g/m²・24H 混練し、Tダイ成型機で直接製膜する方法、或いは押出 機で一度ペレット化してこれをTダイ成型機や、インフ レーション成型機で製膜する方法、或いはポリカプロラ クトン系樹脂を溶解する適当な有機溶媒(トルエンや、 THF等)で溶解し無機系充填剤が分散した樹脂溶液を 得、これをキャスティング後溶剤の乾燥を行う等の方法 がある。得られるシートの厚みは通常100~1000 μmの範囲とする。

【0014】との際の注意する点としては、原料の乾燥 が挙げられる。ポリカプロラクトン系樹脂は、吸湿性が 30 比較的高いのでペレットを予め30~60℃の温風で乾 燥したり、減圧乾燥を行う等で水分を0.1%以下にす るのが好ましい。水分が多いと、得られるフィルムに気 泡が入る等の問題が生じる。

【0015】次に、シートの延伸処理によりフィルム化 (シートの薄膜化)を行うが、延伸温度は樹脂のガラス 転移温度以上、融点以下で行う。ポリカプロラクトン樹 脂を用いた場合は、ガラス転移温度~融点は-60~6 0℃に相当するが、実際には40~60℃で行うと好ま しく延ばすことが出来る。-60℃りより低温では延伸 40 に力が要るし、60℃を越えると溶融により延伸が困難 となる。延伸倍率は、2倍以上にすることが好ましく、 それ以下の場合はネック延伸の傾向が有るため未延伸部 分が残ることがある。最大延伸率は樹脂にポリカプロラ クトンを使用した場合4~5倍程度であるが、フィルム の亀裂発生で限界が生じ、その時の限界延伸率は使用す る樹脂により異なる。透湿性の面からは延伸率が高い方 が高透湿性が得られる。延伸方法は、1軸ロール延伸、 同時2軸延伸、逐次2軸延伸、チューブラー延伸等各種 が適用できる。これらの方法でシートを延伸し、最終的 50 24 Hr であった。

に厚みが10~100μmのフィルムを得ることが好ま

[0016]

であった。

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明す るが、本発明はこれらに限定されるものではない。 【0017】[実施例1]ポリカブロラクトン(PC L, ダイセル化学工業製「PCLH7」: 固形分10% キシレン溶液の粘度270cp/25℃)のペレットを 40℃のオーブン中に1日静置して乾燥し、含水率を 0.09wt%に低減した。乾燥済みPCLペレット1 00重量部に炭酸カルシウム300重量部をヘンシェル ミキサーで混合した。これを160~220℃にセット した40mmφバレルを有する押出機に供給し、温度2 30℃のTダイ□金から混練押出ししたあと、ロール表 面温度15℃のチルロールで冷却し、延伸前シートを得 た。引き続いて表面温度55℃に加熱したロールで縦方 向に3倍延伸し、次に55℃に加熱されているテンター に入れて横方向に3倍延伸して厚み約30μmの延伸フ ィルムを得た。このフィルムには水漏れの原因になるビ r (測定法JIS Z0208, 40℃, 90%RH)

【0018】 [実施例2] ポリカプロラクトン (ダイセ ル化学工業製「PCLH7」: 固形分10%キシレン溶 液の粘度270cp/25℃) ペレットを40℃のオー ブン中に1日静置して乾燥し、含水率を0.09%に低 減した。乾燥済みPCLベレットを用いて固形分20% トルエン溶液を調製し、更にPCLの3倍の質量の炭酸 カルシウムを混合した。これを流延法で塗布し、溶剤を 自然乾燥のあと温風乾燥で除去し、厚みが約270μm の延伸前シートを得た。引き続いて表面温度55℃に加 熱したロールで縦方向に3倍延伸し、次に55℃に加熱 されているテンターに入れて、横方向に3倍延伸して厚 み約30μmの延伸フィルムを得た。このフィルムには 水漏れの原因になるピンホールは無く、透湿性は5,0  $00 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ Hr} \text{ robots}$ 

【0019】 [比較例1] ポリカプロラクトン (ダイセ ル化学工業製「PCLH7」: 10%キシレン溶液の粘 度300cp/25℃) のペレットを40℃のオーブン 中に1日静置して乾燥し、含水率を0.09%に低減し た。乾燥済みPCLペレットを160~220℃にセッ トした40mmφバレルを有する押出機に供給し、温度 230℃のTダイ□金から混練押出ししたあと、ロール 表面温度15℃のチルロールで冷却し、延伸前シートを 得た。引き続いて表面温度55°Cに加熱したロールで縦 延伸で3倍延伸し、次に55℃に加熱されているテンタ ーに入れて、横方向に3倍延伸して、厚み約30μmの 延伸フィルムを得た。このフィルムには水漏れの原因に なるピンホールは無く、透湿性は1,400g/m'・

[0020]

【発明の効果】本発明で用いるポリカプロラクトン系樹脂は生分解性であり、化学合成で比較的安価に得られるポリカプロラクトンを主体とするため、製造原料の入手が容易である。これに無機系充填剤を混合してシートを\*

5

\*作ることのより透湿性の高いフィルムを得ることができた。当該フィルムは透湿性を向上された他、機械的強度をも維持し、さらに微生物により完全分解する生分解性の樹脂フィルムである。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号 庁内整理番号

KKQ

FΙ

C 0 8 L 67/04

技術表示箇所

C08L 67/04 // B29K 77:00

B29L 7:00

KKQ